

Кафедра харчової
біотехнології і хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи
«Дистильована вода. Реактиви. Приготування розчинів»
з курсу «Загальна та неорганічна хімія»
для студентів всіх форм навчання

Галузь знань: **18 Виробництво та технології**

Спеціальність ступеня «Бакалавр»: **181 Харчові технології**

Тернопіль 2016

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи
«Дистильована вода. Реактиви. Приготування розчинів» з курсу
«Загальна та неорганічна хімія» для студентів всіх форм навчання
спеціальності ступеня «Бакалавр» 181 «Харчові технології» -
Тернопіль: ТНТУ, 2016 -с.23

Укладачі:	ст. викл. Джур Я.Б. ас. Лісовська Т.О.
Рецензент:	д.б.н., проф. Покотило О.С.
Відповідальний за випуск	ст. викладач Джур Я.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри
харчової біотехнології та хімії

Протокол №7 від 13.06.2016р.

Схвалені засіданням методичної ради факультету
машинобудування і харчових технологій ТНТУ ім. І.Пулюя.

Протокол №2 від 15.06.2016р.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №8

Тема: Дистильована вода. Реактиви. Приготування розчинів.

Мета: Ознайомитися з методами одержання дистильованої води та визначенням її якісних показників. Ознайомитися з класифікацією реактивів та правилами роботи з різними видами реактивів. Навчитися готувати розчини різної концентрації.

Теоретична частина

І. ДИСТИЛЬОВАНА ВОДА.

По ГОСТ 6709 – 72 вода дистильована – прозора, безколірна рідина, яка не має запаху, з $pH = 5,4 \div 6,6$ і вмістом сухого залишку 5 мг/дм^3 . Дистильована вода – це вода, яка майже не містить неорганічних та органічних речовин і одержують її методом дистиляції (перегонки) водопровідної води. З перегінних апаратів, які використовуються для одержання дистильованої води найбільш часто використовують дистилятор Д-4 (ТУ 64-1-1640-72). При потребі великої кількості води використовують дистилятор Д-25 (ТУ 64-1-2718-73). Перегнану воду зберігають в скляних бутлях. Дистильовану воду в хімічних лабораторіях використовують з метою приготування розчинів, споліскування посуду після миття.

Якість води, яку одержують в дистиляторах, залежить від тривалості роботи кожного. Вода з дистиляторів, які довго працюють може містити хлорид – іони. Вода, що одноразово перегнана в металічних дистиляторах, завжди містить як органічні, так і неорганічні речовини (CO_2 , NH_3), наявність яких недопустима при проведенні деяких аналітичних робіт. Для видалення цих речовин проводять бідистиляцію води в скляних апаратах, що дозволяє одержати дистильовану воду без органічних домішок. Для цієї мети в первинний дистилят додають перманганат калію і проводять вторинну перегонку. Для бідистиляції промисловість випускає апарати типу БД-2 (ТУ 25-11-1002-75), БД-4 (ТУ 25-11-1019-75), БТ-10 продуктивністю відповідно 1,5–2, 4–5 та 8–10 л/год.

Дистилятори з електронагрівом. На рис.1 показаний дистилятор Д-4, продуктивність якого $4 \pm 0,3$ л/год, потужність 3,6 кВт, витрати охолоджуючої води 160 л/год. маса апарата без води 13,5 кг

В камері випаровування **1** вода нагрівається електронагрівачами **3** до кипіння. Утворений пар через патрубок **5** поступає в конденсаційну камеру **7**, яка вмонтована в камеру **6**, через яку безперервно протікає водопровідна вода. З конденсатора **8** дистилят витікає через ніпель **13**. На початку роботи водопровідна вода, яка безперервно поступає через ніпель **12**, заповнює водяну камеру **6** і по зливній трубці **9** через зрівнювач **11** заповнює камеру випаровування до певного рівня. По мірі википання, вода буде поступати в камеру випаровування тільки частково. Основна частина, проходячи через конденсатор, точніше через його водяну камеру **6**, буде зливатися по зливній трубці у зрівнювач і далі через ніпель **10** в каналізацію. Гаряча вода, яка витікає, може бути використана для господарських потреб.

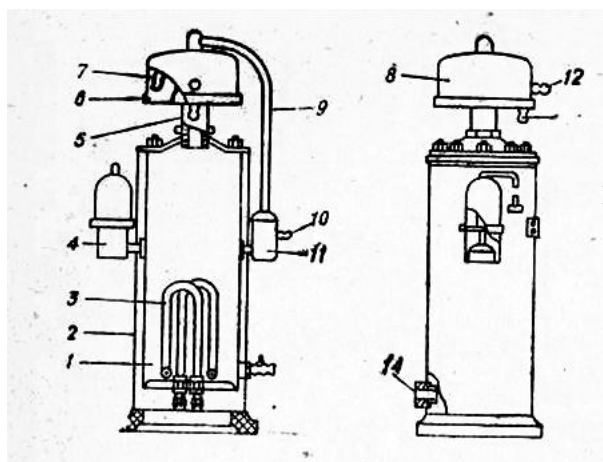


Рис.1. Дистилятор Д-4: 1-камера випаровування; 2-кожух; 3-електронагрівачі; 4-датчик рівня; 5-патрубок; 6-зовнішня водяна камера; 7-конденсаційна камера; 8-конденсатор; 9-зливна трубка; 10,13-ніпелі для витікання води; 11-зрівнювач; 12-ніпель для подачі води; 14-болт заземлення.

Коли вперше проводять запуск апарата або після ремонту, користуватися дистильованою водою по прямому призначенню можна тільки через 48 год. роботи апарата.

Періодично необхідно механічно очищати від накипу електронагрівачі і поплавков датчика рівня. Аналогічну будову має дистилятор Д-25, продуктивність якого $25 \pm 1,5$ л/год. В цьому апараті є дев'ять електронагрівачів. Для нормальної та тривалої роботи апарата достатньо, щоб одночасно вмикалися шість електронагрівачів. Але для цього потрібно періодично, в

залежності від твердості води, проводити механічну очистку від накипу трубок, по яких вода поступає в камеру випаровування.

Одержання бідистилляту.

Для одержання дистильованої води високої якості її двічі переганяють, тобто одержують бідистиллят за допомогою спеціальної установки, зображеної на рис. 2.

Первинна перегонка відбувається в першій секції апарата. До отриманого дистилляту додають KMnO_4 для руйнування органічних домішок і потім переводять її в другу колбу, де відбувається повторна перегонка і бідистиллят збирають в колбу-приймач. Нагрівання здійснюють за допомогою

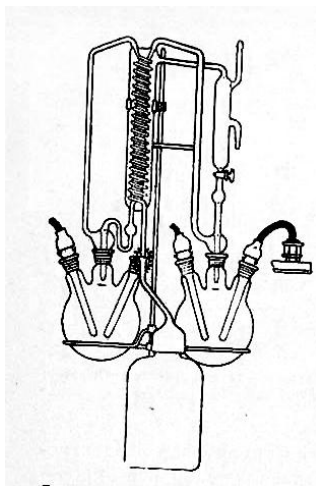


Рис.2. Установка для одержання бідистилляту

електричних нагрівачів, скляні водяні холодильники охолоджуються водопровідною водою. Всі скляні деталі виготовляються із скла пірекс.

Демінералізація води.

При деіонізації (демінералізації) води послідовно здійснюються процеси H^+ - катіонування і OH^- - аніонування, т.б заміщення катіонів, що містяться у воді на іони H^+ та аніони OH^- . Взаємодіючи один з одним іони H^+ та OH^- утворюють молекулу H_2O . Методом деіонізації можна одержати воду з більш низьким вмістом солей, ніж при звичайній дистиляції, але при цьому не руйнуються органічні забруднення.

Іоніти – тверді, практично нерозчинні у воді та органічних розчинниках речовини мінерального та органічного походження, природні та синтетичні. Для демінералізації води найчастіше використовують іонообмінні смоли, що мають високу поглинаючу здатність, механічну міцність та хімічну стійкість.

Демінералізацію води можна здійснювати послідовним пропусканням водопровідної води через колонку з катіонітом в H^+ формі, потім через колонку з аніонітом в OH^- формі. На рис.17 зображена малогабаритна колонка для демінералізації води. В нижню частину поміщають скляні буси і поверх них шар вати, а потім суміш іоніта з водою. Зверху іоніти покривають шаром вати, а потім скляними бусами і залишають під шаром води на 12 – 24 години. Спустивши воду з катіоніта, колонку заповнюють 2Н розчином HCl , залишають на 12-24 години, спускають розчин кислоти і катіоніт промивають дистильованою водою до нейтральної реакції по метиловому оранжевому. Катіоніт, який переведений в H^+ форму, зберігають під шаром дистильованої води. Аналогічно переводять аніоніт в OH^- форму, витримуючи після набухання в 1Н розчині $NaOH$. Промивку аніоніта дистильованою водою проводять до нейтральної реакції по фенолфталеїну.

Іоніти постійно насичуються, тому необхідно контролювати роботу установки. В перших порціях фільтрату, який пройшов через катіоніт, визначають кислотність титруванням лугом по фенолфталеїну. Після того, як через колонку пройдуть перші 100л, знов беруть пробу води з катіонітної колонки і визначають кислотність фільтрату. Якщо спостерігається різке зниження кислотності, перестають пропускати воду і проводять регенерацію катіоніту.

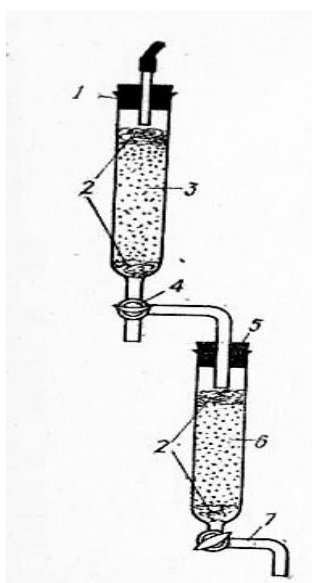


Рис.3. Лабораторна установка для де мінералізації води: 1- пробка; 2- скляна вата; 3-катіоніт; 4-трьохходовий кран; 5-пробка; 6-аніоніт; 7- зливна трубка

II. РЕАКТИВИ

Хімічні реактиви - це чисті речовини, їх розчини, суміші або композиції строго регламентованого складу, які використовуються для наукових досліджень та хімічного аналізу. Випускають у формі, який забезпечує надійність та зручність їх використання.

Хімічні реактиви розглядаються як системи, які включають окрім основного компонента, речовини, які впливають на їх функціональні характеристики, - розчинники, наповнювачі, носії.

Результати хімічного аналізу суттєво залежать від ступеня чистоти реактивів, що використовують. Єдиної міжнародної класифікації реактивів за ступенем чистоти не існує. В нашій країні для хімічних реактивів (так як і для реактивів, що їх поставляють країни – члени ЄС) в залежності від вмісту основної речовини і допустимих домішок для хімічних реактивів встановлені наступні кваліфікації:

- чистий (ч.) – нижча кваліфікація реактиву. Вміст основної речовини не нижче 98%; вміст домішок $2 \cdot 10^{-5}$ – 1,0% . Застосовують в промисловому виробництві.
- чистий для аналізу (ч.д.а.) ця кваліфікація характеризує аналітичне використання препарату. Вміст основної речовини $\geq 99\%$, вміст домішок $1 \cdot 10^{-5}$ – 0,4% . Застосовують при аналізі технічних продуктів.
- хімічно чистий (х.ч.). Вища ступінь чистоти препарату. Вміст домішок в межах $5 \cdot 10^{-6}$ – 0,05% . Застосовується в науково – дослідних та лабораторних роботах.
- Високочисті речовини підрозділяються на спектрально – чисті (сп.ч.), еталонної чистоти (в.е.ч.) і особливо чисті (ос.ч.), оптично чисті, ядерно чисті, для кріоскопії, для термохімії, для мікроскопії, для хроматографії. Вміст домішок в особливо чистих речовинах допускається в межах $1 \cdot 10^{-4}$ – $1 \cdot 10^{-10}\%$. Використовують в електроніці, напівпровідниковій та ядерній техніці, інших нових галузях.

Хімічні реактиви класифікують часто по областях їх переважного використання: індикатори, барвники для мікроскопії, для хроматографії

(сорбенти, носії, нерухомі фази), для люмінофорів, для фотографії, для кріоскопії, для спектрального аналізу. В багатьох випадках після назви реактиву вказується область використання реактиву, а потім ступінь його чистоти. Наприклад: Бензол для кріоскопії х.ч.; Кальцію оксид для хроматографії ч.д.а.

В багатьох країнах обов'язкова система знаків на етикетках і в каталогах, які відображають токсичні, вогненебезпечні та вибухонебезпечні властивості хімічних реактивів, а також умови зберігання, перевезення. Реактиви (препарати) повинні бути упаковані у відповідну споживацьку тару, герметично запаковані, мати стандартну етикетку.

Для реактиву кожної кваліфікації етикетка на тарі повинна мати відповідний колір або кольорову смужку:

<i>Кваліфікація реактиву</i>	<i>Колір етикетки</i>
Чистий	Зелений
Чистий для аналізу	Синій
Хімічно чистий	Червоний
Особливо чистий	Жовтий

При наявності у реактивів отруйних, вогненебезпечних та вибухонебезпечних властивостей наклеюється додаткова етикетка з написами «Отрута» - жовта; «Вогненебезпечно» - червона; «Вибухонебезпечно» - голуба; «Берегти від води» - зелена.

У виробничих процесах часто застосовують газоподібні речовини, які зберігають у стисненому газоподібному (кисень, водень, аргон, азот, гелій) чи рідкому (хлор, пропан – бутан) стані в спеціальних сталевих **балонах** під тиском 0,6÷15 мПа. Для виготовлення балонів застосовують спеціальні матеріали, що підвищують механічну міцність балонів, забезпечують запобіжними ковпаками й опірними башмаками, що підвищує їх безпеку. Балони виготовляють з вуглецевої та легованої сталі безшовними при тиску 3 мПа і вище, та зварними зі швами при меншому тиску. Вентилі та редукційні клапани забезпечують відбір газу при більш низькому тиску, ніж у балоні, що запобігає вибуху балона при наповненні чи відборі. Для запобігання

неправильному використанню балонів, призначених для різних газів, вентилі мають різну різьбу (для кисню та інертних газів - праву, для горючих газів - ліву). Крім того, балони фарбують у різні кольори та наносять на них кольорові смуги та відповідні написи (табл..3)

Табл.3 Маркування балонів

Газ	Колір балона	Напис	Колір напису	Колір смуги
Азот	чорний	Азот	жовтий	коричневий
Водень	чорний	Водень	червоний	-
Вуглекислий газ	чорний	Вуглекислота	білий	-
Повітря	чорний	Стиснене повітря	білий	-
Сірчистий ангідрид	чорний	Сірчистий ангідрид	білий	жовтий
Аміак	жовтий	Аміак	чорний	-
Ацетилен	білий	Ацетилен	червоний	-
Хлор	зелений	Хлор	синій	-
Кисень	синій	Кисень	чорний	-
Метан	червоний	Метан	білий	-
Пропан-бутан	червоний	Пропан-бутан	білий	

Небезпечні властивості реактивів

Багато реактивів володіють небезпечними властивостями, які суттєво впливають на якісні характеристики препарату, а також можуть служити причиною пожежі, вибуху, отруєння або захворювання персоналу.

Вологочутливість. В залежності від можливості поглинання вологи з повітря розрізняють малогігроскопічні (нітрат барію), сильногігроскопічні (гідроксид натрію та калію, хлорид алюмінію, ацетат натрію, ортофосфорна кислота) і ті речовини, що розплавляються на повітрі (диметиламін сульфат).

Поглинання вологи з повітря може відбуватися із – за негерметичності упаковки реактиву. Взаємодія з водою може бути чисто фізичним процесом (зволоження, розчинення), а може призвести до незворотної хімічної реакції. Так сульфіді, нітриди, фосфіді лужних та лужно - земельних металів розкладаються водою з утворенням токсичних гідридів, галогеніди неметалів (PCl_3 , PCl_5 , S_2Cl_2) і галогенангідриди кислот гідролізуються з утворенням відповідних кислот.

Світлочутливість. Під дією світла деякі речовини піддаються фотохімічним реакціям. Деякі речовини при цьому змінюють колір (анілін, препарати ртуті, саліцилова кислота, фенол), інші окиснюються (фурфурол) або відновлюються (сполуки срібла). Дія світла може супроводжуватися також процесами ізомеризації та фотолізу.

Теплочутливість. Значна зміна температурних умов при зберіганні реактиву може призвести до незворотних змін його властивостей.

Отруйність. При роботі в хімічній лабораторії необхідно виходити з того, що всі хімічні речовини в тій чи іншій мірі отруйні. По ступені дії на організм людини шкідливі речовини поділяються на чотири групи:

- 1 - Дуже небезпечні;
- 2 - Високо небезпечні;
- 3 - Помірно небезпечні;
- 4 - Мало небезпечні.

Група небезпеки шкідливих речовин встановлюють в залежності від показників, вказаних в таблиці 1. Обов'язковою умовою безпечної роботи з хімічними речовинами є не тільки знання класу небезпеки всіх реактивів і розчинників, а також знання особливостей їх токсичної дії, основних видів профілактики отруєнь, симптомів отруєння і способів надання першої медичної допомоги при отруєннях.

Таблиця 1. Класифікація шкідливих речовин в залежності від токсикометричних характеристик

Показник	Групи токсичності речовин			
	1	2	3	4
Гранично допустима концентрація шкідливих речовин в повітрі робочої зони виробничих приміщень, ГДК _{р.з.} , мг/м ³ ;	<0,1	0,1 – 1,0	1,1 – 10,0	>10,0
Середня смертельна доза, мг/кг:				
При введенні в шлунок	<15	15 – 150	151 – 5000	>5000
При нанесенні на шкіру	<100	100 - 500	501 - 25000	>2500
Середня смертельна концентрація в повітрі, мг/кг	<500	500 - 5000	5001 - 50000	>50000

Пожежонебезпечність. Багато речовин самочинно або під дією зовнішнього джерела здатні до загорання, а деякі до вибуху.

Пожежонебезпечні речовини поділяються на групи:

- Реактиви здатні до розкладу із вибухом навіть при відсутності кисню повітря. Для зменшення вибухонебезпечності деякі реактиви рекомендується зберігати зволоженими;
- Реактиви, що виділяють при взаємодії з водою легкозаймісті гази (Na, K, Ca, CaH₂ та ін.);
- Легкозаймісті рідини здатні без попереднього підігрівання займатися від короткочасного контакту з джерелом запалювання (сірник, іскра).

Вибухонебезпечність балонів:

Найчастішими причинами вибухів балонів є:

- удари або їх падіння, особливо при високих чи низьких температурах, оскільки у першому випадку різко зростає тиск у балоні за рахунок

нагрівання газу, що міститься у ньому, а у другому - матеріал, з якого виготовлений балон, набуває крихкості;

- переповнення балона зрідженим газом без залишення вільного нормованого об'єму (біля 10% від усього об'єму балона);
- нагрівання балона сонячними променями чи іншими джерелами, що спричиняє збільшення тиску у ньому вище допустимого.

Зберігання реактивів

Для зберігання реактивів в лабораторних приміщеннях використовують скляні шафи, а також металеві шафи – спеціально для небезпечних та ядовитих речовин. В лабораторних приміщеннях повинні зберігатися лише невеликі запаси хімічних речовин. Їх зберігають в банках, склянках з пришліфованими пробками або пластмасовими кришками з герметичними прокладками з поліетилену. На кожній посудині повинна бути етикетка з позначенням, що там знаходиться. Для кращого зберігання паперові етикетки рекомендується заклеювати прозорою поліетиленовою липкою стрічкою. Тимчасові написи можуть бути зроблені олівцем для скла. Категорично забороняється зберігати речовини в посудинах без написів. Якщо етикетки нема, використовувати реактив не можна.

Для того, щоб швидко знаходити необхідний реактив, посудини з реактивами розміщують в шафах у певному порядку. Наприклад, за класами неорганічних сполук – солі, кислоти, основи. Солі, як багато чисельніші з реактивів, можна розставляти, групуючи за катіонами. Необхідно всі реактиви, які зберігаються в шафах, записувати в спеціальний журнал в алфавітному порядку, напроти кожного реактиву відмічати номер шафи, полиці.

Невеликі кількості речовин, що виділяють отруйні або подразнюючі для дихальних шляхів пари (бром, олеум, фторводнева та концентрована соляна кислоти, аміак та ін.), концентровані сірчану, азотну, оцтову кислоти необхідно зберігати у витяжній шафі на спеціально відведених для них полках. Загальний запас вогнебезпечних і легкозаймистих рідин, які одночасно зберігаються в лабораторії не повинен перевищувати добової потреби, але не більше 2÷3л на одного співробітника. Не можна зберігати горючі рідини у витяжній шафі, де

виконуються роботи з нагрівальними приладами або поряд з окисниками (Cl_2 , H_2O_2 , Br_2 , KMnO_4 та ін.).

Перекисні сполуки необхідно зберігати, як вогне- та вибухонебезпечні речовини. Температура їх зберігання повинна бути значно нижчою ніж температура їх розкладу. Нестабільні перекиси зберігають при понижених температурах (в холодильниках).

Реактиви, що змінюються під дією світла, зберігають в жовтих або темних склянках або банках.

При зберіганні балонів необхідно:

- розміщувати їх на відстані не менше 1м від джерел тепла та на відстані не менше 5м від джерел відкритого полум'я.
- газові балони зберігаються як у спеціальних приміщеннях (складах), так і на відкритому повітрі за умови їх захисту від сонячних променів та дії атмосферних опадів.
- наповнені балони зберігаються у вертикальному положенні в спеціальних гніздах, клітках або огорожуються бар'єром для запобігання їх падінню;
- на балони не повинно потрапляти сонячне проміння;
- не допускається зберігати разом з балонами вибухо- та пожежонебезпечні матеріали;

Переміщення балонів:

- здійснюють за допомогою спеціально пристосованих для цього візків або інших пристроїв;
- балони зберігаються і транспортуються з накрученими запобіжними ковпаками;
- під час перевезення у горизонтальному положенні між балонами встановлюються підкладки із дерев'яних брусів з вирізаними гніздами, та одягаються мотузкові або гумові кільця товщиною не

менше 25мм (по два кільця на балон), на які балони опираються, при цьому вентиля балонів укладають в один бік;

- перевезення балонів у вертикальному положенні здійснюють у спеціальних контейнерах або без них з використанням прокладок між балонами і стропувальним закріпленням від можливого падіння;

Правила роботи з реактивами

По призначенню реактиви можуть бути умовно розділені на загально-використовувані і спеціальні.

Загально-використовувані реактиви (кислоти, основи, деякі солі, спирти) часто поступають у великій тарі. Тому часто виникає необхідність розфасовувати і відміряти невеликі маси і об'єми реагентів. Твердий реактив при зберіганні може злежатися, тому можна стрясти банку і реактив розсиплеться, а деколи треба розрихлити верхній шар сухим фарфоровим (але не металічним) шпателем. При переливанні рідин обов'язково необхідно користуватися лійками, сифонами, обов'язково користуватися захисними рукавицями і окулярами.

ІІІ. РОЗЧИНИ

Розчини – це гомогенні системи, утворені двома або більшим числом компонентів. Компонент, вміст якого в розчині переважає, називається розчинником; компонент, якого в розчині менше, називається розчиненою речовиною. В хімічному аналізі під розчином розуміють рідку прозору однорідну суміш речовини і рідкого розчинника. Кількість компонента розчину, що відноситься до визначеного об'єму або маси розчину або розчинника, називається концентрацією розчину.

Розрахунки при приготуванні розчинів

Приблизні розчини. Речовини для приготування приблизних розчинів зважують на технохімічних або технічних вагах. Кількість приготовленого

розчину виражають або в одиницях маси (г, кг), або в одиницях об'єму (мл, л).

Масова частка розчиненої речовини визначається за формулою (1):

$$\omega = \frac{m_{\text{реч.}}}{m_{\text{р-ну}}} \cdot 100\% \quad (1)$$

а звідси визначають масу розчиненої речовини

$$m_{\text{реч.}} = \frac{m_{\text{р-ну}} \cdot \omega}{100\%}, \quad (2)$$

де $m_{\text{реч.}}$ – маса розчиненої речовини;

$m_{\text{р-ну}}$ – маса розчину;

Якщо береться кристалогідрат, то розрахунок трохи видозмінюється, тому що потрібно враховувати і кристалізаційну воду.

$$m_{\text{реч.}} = \frac{\omega \cdot M_{\text{кр}} \cdot m_{\text{р-ну}}}{100\% \cdot M_{\text{б.с}}}, \quad (3)$$

де $m_{\text{реч.}}$ – маса розчиненої речовини, г;

$m_{\text{р-ну}}$ – маса розчину, г;

ω – масова частка безводної солі, %;

$M_{\text{кр}}$ – молярна маса кристалогідрату;

$M_{\text{б.с.}}$ – молярна маса безводної солі.

Якщо змішуються два розчини однієї і тієї ж речовини, то спочатку необхідно взяти скільки розчиненої речовини в першому і в другому розчині, просумувати маси розчиненої речовини в двох розчинах і просумувати масу цих розчинів. Потім за формулою (1) визначається масова частка розчиненої речовини в одержаному розчині.

Емпіричні розчини. Концентрацію цих розчинів частіше всього виражають в г/л або в г/мл. Для приготування емпіричних розчинів використовують очищені перекристалізацією речовини або реактиви класифікації ч.д.а. або х.ч.

Точні розчини. При приготуванні точних розчинів обчислення кількості необхідних речовин проводять із достатньою точністю. Атомні маси елементів беруть по таблиці, в якій вказані їх точні значення.

Молярність розчину. Для приготування певного об'єму розчину молярної концентрації необхідно розрахувати кількість розчиненої речовини $m_{\text{реч.}}$ згідно формули (4):

$$m_{\text{реч.}} = C_M \cdot M_{\text{реч.}} \cdot V_{\text{р-ну}}, \quad (4)$$

де C_M – молярна концентрація розчину, моль/л;

$M_{\text{реч.}}$ – молярна маса речовини; г/моль;

$V_{\text{р-ну}}$ – об'єм розчину, л.

Нормальність розчину. Для приготування певного об'єму розчину молярної концентрації еквівалента розраховується кількість розчиненої речовини $m_{\text{реч}}$ згідно формули (5):

$$m_{\text{реч.}} = C_H \cdot E_{\text{реч.}} \cdot V_{\text{р-ну}}, \quad (5)$$

де C_H – молярна концентрація еквіваленту розчину, моль/л;

$E_{\text{реч.}}$ – молярна маса еквіваленту речовини, г/моль;

$V_{\text{р-ну}}$ – об'єм розчину, л.

Моляльність розчину. Для приготування певного об'єму розчину моляльної концентрації теж розраховують кількість розчиненої речовини $m_{\text{реч}}$ за формулою (6):

$$m_{\text{д-а}} = C_m \cdot M_{\text{д-а}} \cdot m_{\text{р-ка}}, \quad (6)$$

де C_m – моляльна концентрація розчину, моль/кг;

$M_{\text{реч.}}$ – молярна маса речовини; г/моль;

$m_{\text{р-ка}}$ – маса розчинника, кг.

Стандартні розчини. Стандартними називають розчини з точно визначеними концентраціями, які використовуються в колориметрії, для визначення рН, при нефелометричних визначеннях. Це розчини, що містять в 1мл 0,1; 0,01; 0,001мг і т.д розчиненої речовини. Деколи стандартні розчини зберігаються в запаяних ампулах, але найчастіше їх приходиться готувати перед самим використанням.

Загальні правила приготування та зберігання розчинів точної концентрації:

- Реактиви для приготування титрованих розчинів і установки їх титрів повинні відповідати їх кваліфікації х.ч. та ч.д.а

- Для приготування титрованих розчинів використовують воду, що відповідає вимогам ГОСТ 6709-72 «Вода дистильована», для приготування розчинів лугів, тіосульфату натрію використовують воду, що не містить CO_2 .
- Розчини таких речовин, як тіосульфату натрію, перманганату натрію, нітрату аргентуму, що розкладаються під дією світла, повинні зберігатися в склянках із темного скла, або в банках, які загорнуті в чорний папір.
- Розчини речовин, що взаємодіють із склом, наприклад, лугів, плавикової кислоти та ін., необхідно зберігати в поліетиленовому посуді.
- Бутилі, в яких зберігаються титровані розчини, повинні мати етикетку з написом, що вказує назву розчину, його титр (або молярність, нормальність), дату визначення концентрації розчину.

Для приготування титрованих розчинів в контрольно – промислових лабораторіях, коли потрібно швидко приготувати стандартний розчин (з точно встановленою концентрацією) широко використовують стандарт – титри (фіксанали).

Більшість фіксаналів, особливо в сухому вигляді, добре зберігаються протягом довгого часу. Винятком є фіксанали лугів, які придатні тільки протягом 6 місяців з дня їх випуску, фіксанал AgNO_3 при звичайних умовах зберігання темніє через 2 – 3 роки.

Техніка приготування розчинів

Необхідно пам'ятати, що при всякій роботі як з розчиненням, так і з розбавленням, ніколи не треба виливати зразу всю воду в посуд, в якому готують. Водю споліскують декілька разів той посуд, в якому проводилося зважування або відмірювання необхідної речовини, і кожен раз добавляють цю воду в посуд для розчину. Також необхідно мати на увазі ступінь дисперсності (подрібненості) твердих речовин. В деяких випадках розчини необхідно зберігати в атмосфері інертного газу або азоту. Визначені кількості речовин для

приготування точних розчинів зважують тільки на аналітичних вагах. Зважування проводять на годинниковому склі або в бюксі. Відважену кількість речовини висипають в чисто вимиту мірну колбу через чисту суху лійку невеликими порціями. Потім промивають декілька раз невеликими порціями води над лійкою бюкс або годинникове скло, в якому проводилося зважування. Лійку теж промивають з промивалки дистильованою водою. Розчинник (вода) в мірній колбі повинен займати не більше половини місткості колби. Закривши пробкою мірну колбу, струшують її до повного розчинення твердої речовини. Після цього одержаний розчин заповнюють водою до мітки і ретельно перемішують. Після приготування розчину його необхідно перевірити відповідним розчином з відомою концентрацією. Приготовлений розчин може не відповідати точно тій концентрації, яка задана, - в таких випадках вводять поправку.

І. Приготування розчинів з фіксаналів. Фіксанали -це приготовлені і запаєні в скляних ампулах точно відважені кількості реактиву, які необхідні для приготування 1л 0,1Н або 0,01Н розчинів. Фіксанали продаються по 10 ампул в коробці. На кожній ампулі є напис, який вказує, яка речовина або розчин знаходиться в ампулі, і кількість речовини (0,1 або 0,01г-екв.).

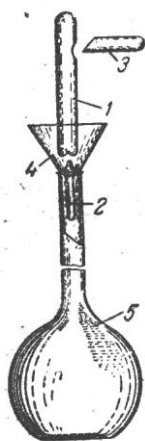


Рис.4 Прилад для приготування розчинів з фіксаналів: 1-ампула; 2-буйок; 3-паличка з гострим кінцем; 4-лійка; 5-мірна колба.

Для приготування стандартного розчину спочатку теплою водою змивають напис на ампулі і добре витирають її. В мірну колбу місткістю 1л вставляють спеціальну лійку з вкладеним в неї скляним бойком (бойок є в кожній коробці

фіксаналів), гострий кінець якого напрямлений вгору (рис.4). Якщо спеціальної лійки нема, то можна використовувати і звичайну хімічну. Бойком розбивають тонке дно ампули. Потім пробивають бокове заглиблення ампули і дають вмісту ампули витекти або висипатися. Не змінюючи положення ампули, її промивають дистильованою водою з промивалки. Для промивання ампули рекомендується використати шестикратну кількість води (по об'єму ампули). Промивши ампулу, її викидають, а до розчину доливають дистильовану воду до мітки, закривають колбу пробкою і струшують.

2. Приготування водних розчинів кислот.

Водні розчини кислот (H_2SO_4 , HCl , HNO_3) звичайно готують відповідним розбавленням вихідних чистих концентрованих кислот. Процентний вміст концентрованих кислот контролюють по густині, яку визначають в більшості випадків за допомогою ареометрів. Значення концентрації кислот в залежності від густини визначають за довідковими таблицями. Працювати з концентрованими кислотами необхідно обережно, в гумових рукавичках та захисних окулярах. При розбавленні кислот необхідно приливати кислоту в воду тонкою цівкою, безперервно помішуючи скляною паличкою. Якщо при цьому суміш сильно розігрівається, то її охолоджують, після чого приливають наступну порцію кислоти.

3. Приготування розчинів лугів

Водні розчини лугів. В лабораторіях хімічно чистого лугу практично не буває, оскільки він з повітря адсорбує CO_2 , і на поверхні утворюються кристали карбонату натрію. Ця домішка є шкідливою, тому що при титруванні лугом одних і тих же розчинів кислот одержують різні результати в залежності від порядку титрування та вибраного індикатора. Значну похибку отримують при титруванні таким лугом в присутності фенолфталеїну. Тому, щоб позбутися похибок при титруванні, робочий титрувальний розчин лугу готують вільним від карбонату натрію. Для цієї мети необхідно використовувати дистильовану воду, що не містить CO_2 , і луг, очищений від домішок карбонатів. Від CO_2

дистильовану воду звільняють кип'ятінням протягом 40хв. Охолоджують і зберігають воду в колбах, закритих пробками із вставленими в них хлоркальцієвими трубками з натронним вапном (суміш CaO і NaOH), що попереджує попадання у воду з повітря вуглекислого газу. Для очистки лугу від домішок карбонатів використовують різні способи: а) NaOH очищають спиртом; б) чистий NaOH розчиняють в рівній по масі кількості води. В такому концентрованому розчині лугу Na_2CO_3 не розчиняється.

Концентровані розчини лугів при зберіганні з часом руйнують скло, утворюючи з нього кремнієву кислоту, тому точні розчини лугів краще зберігати в поліетиленовому посуді.

Спиртовий розчин КОН. Розчинність NaOH і KOH в метиловому спирті набагато вища ніж в етиловому. Але метиловий спирт є токсичним та вогнонебезпечним, тому використовують етанольні розчини NaOH і KOH . Розчинність NaOH в етанолі становить 14,7%, а KOH – 27,9%. Для приготування розчину KOH використовують етанол ректифікат, попередньо очищений від альдегідів..

При приготуванні розчинів NaOH і KOH необхідно користуватися гумовими рукавичками та захисними окулярами. Луги викликають хімічний опік шкіри, руйнують одяг, взуття. Брати твердий луг голими руками категорично забороняється.

4. Приготування розчинів солей.

Приблизні розчини. Розчини солей готують, як вказано вище. Готовий розчин або відфільтровують, або дають йому відстоятися від нерозчинних у воді домішок. Необхідно перевіряти концентрацію солей, для чого виміряють ареометром густину, і порівнюють з табличними даними.

Точні розчини. Найчастіше використовують точні розчини солей молярної концентрації еквівалента для аналітичних робіт. Однонормальні концентрації розчинів мало придатні для цілей лабораторного аналізу. Вони дуже концентровані і дають велику похибку при титруванні. В зв'язку з тим в

лабораторній практиці, звичайно в якості робочих розчинів, використовують титровані розчини 0,1Н, 0,01Н, 0,02Н, 0,05Н.

Необхідно відмітити, що деякі точні розчини недостатньо стійкі при зберіганні і можуть змінюватися під дією світла або кисню повітря. Такі точні розчини необхідно перевіряти та готувати в малій кількості.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Дослід №1. Визначення рН дистильованої води.

Визначають рН дистильованої води потенціометричним методом із скляним електродом, або у відсутності рН –метра – колориметричним методом.

Користуючись штативом для колориметрії в чотири однакові пронумеровані пробірки діаметром біля 20мм місткістю 25-30мл, чисті, сухі, з безбарвного скла поміщають: в пробірки №1 і 2 – по 10мл досліджуваної води, в пробірку №3 – 10мл буферної суміші, яка відповідає рН = 5,4, а в №4 – 10мл буферної суміші з рН = 6,6. Потім в пробірки №1 і 3 додають по 0,1мл 0,04% розчину метилового червоного і перемішують. В пробірки №2 і 4 додають по 0,1мл 0,04% розчину бромтимолового синього і перемішують. Воду вважають такою, що відповідає стандарту, якщо вміст пробірки №1 не є більш червоним ніж вміст пробірки №3 (рН = 5,4), а вміст пробірки №2 не більш синім ніж вміст пробірки №4 (рН = 6,6).

Дослід №2. Визначення сухого залишку.

В попередньо прожареній і зваженій фарфоровій чашці випарюють на водяній бані насухо 500мл досліджуваної води. Воду додають в чашку порціями в міру випаровування, а чашку захищають від забруднення запобіжним ковпачком. Потім чашку із сухим залишком витримують 1год. в сушильній шафі при 105÷110°C, охолоджують в ексікаторі, і зважують на аналітичній вазі.

Дослід №3. Визначення вмісту аміаку та амонійних солей.

В одну пробірку з притертою скляною пробкою ємністю 100мл наливають 10мл досліджуваної води, а в другу - 10мл еталонного розчину, приготованого наступним чином: 200мл дистильованої води поміщають в конічну колбу на 250÷ 300мл, додають 3мл 10% розчину NaOH і кип'ятять 30хв., після чого розчин охолоджують. В пробірку з еталонним розчином додають 0,5мл розчину, який містить 0,0005мг NH_3 . Потім в обидві пробірки одночасно додають по 1мл реактиву на аміак і перемішують. Воду вважають такою, що відповідає стандарту, якщо поява через 10хв забарвлення вмісту буде інтенсивнішим, ніж забарвлення еталонного розчину. Порівняння забарвлення проводять по осі пробірки на білому фоні.

Дослід №4. Проба на відновлюючі речовини.

100мл досліджуваної води доводять до кипіння, додають 1мл 0,01Н розчин KMnO_4 і 2мл розведеної (1:5) H_2SO_4 і кип'ятять 10 хв. Рожеве забарвлення досліджуваної води повинно зберігатися.

Дослід №5. Приготування розчину заданої нормальної концентрації з концентрованого розчину.

Визначити густину сульфатної кислоти за допомогою ареометра, потім по табличних даних визначте концентрацію кислоти. Проведіть розрахунок кількості концентрованої сульфатної кислоти, яка необхідна для приготування 500мл 2Н розчину сульфатної кислоти. Розрахований об'єм кислоти перенесіть в мірну колбу ємністю 500мл і додайте воду до мітки акуратно порціями. При розігріванні колби проводьте охолодження її в кристалізаторі з холодною водою. Перевірте нормальність розчину сульфатної кислоти, титруючи пробу кислоти 1Н розчином лугу в присутності метилоранжу.

Дослід №6. Приготування розчину заданої нормальної концентрації з наважки твердої речовини.

Одержіть у викладача завдання. Розрахуйте кількість речовини, яка необхідна для приготування розчину. Спочатку відважте на аналітичній вазі

пустий бюкс або годинникове скло з точністю до 0,0001г. Висипте в бюкс або на годинникове скло приготовлену речовину і зважте її теж з точністю до 0,0001г.

В горло мірної колби вставте лійку і обережно, не розсипаючи, перенесіть відважену наважку на лійку. Бюкс або годинникове скло сполосніть невеликою кількістю води і злийте її на лійку. Цю операцію повторіть декілька раз, допоки не залишиться ніяких кристаликів. Через лійку в колбу приблизно до половини її об'єму невеликими порціями налийте воду. При цьому слідкуйте, щоб всі кристали з лійки були змиті в колбу. Закрийте колбу пробкою і струсіть декілька раз до повного розчинення речовини. Потім обережно долийте в колбу води до мітки (нижній меніск повинен торкатися мітки). Вміст колби знов перемішайте.

Дослід №7. Приготування 1л 0,1N розчин речовини, виданої викладачем, з фіксаналу.

Приготування розчинів з фіксаналу див. вище.